

19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift
11 DE 33 27 137 A 1

61 Int. Cl. 3:
B 01 F 3/06
B 01 F 5/08

21 Aktenzeichen: P 33 27 137.2
22 Anmeldetag: 27. 7. 83
43 Offenlegungstag: 9. 2. 84

DE 33 27 137 A 1

30 Unionspriorität: 32 33 31
05.08.82 JP P135665-82

71 Anmelder:
Konishiroku Photo Industry Co., Ltd., Tokyo, JP

74 Vertreter:
Henkel, G., Dr.phil., 8000 München; Pfenning, J.,
Dipl.-Ing., 1000 Berlin; Feiler, L., Dr.rer.nat.; Hänzel,
W., Dipl.-Ing., 8000 München; Meinig, K.,
Dipl.-Phys.; Butenschön, A., Dipl.-Ing. Dr.-Ing.,
Pat.-Anw., 1000 Berlin

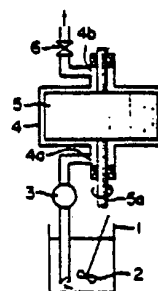
72 Erfinder:
Nishimura, Yoko, Kunitachi, Tokyo, JP; Hada,
Gentaro, Hachioji, Tokyo, JP; Akiyama, Masami,
Hino, Tokyo, JP

BEST AVAILABLE COPY

54 Verfahren zur Herstellung von flüssigen Teilchen einer dispergierten Lösung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Herstellung von flüssigen Teilchen einer dispergierten Lösung, wobei sich ein Innenzylinder (5) und ein Außenzylinder (4) relativ zueinander drehen. Dabei ändert sich eine Scherbelastung bzw. -beanspruchung, die auf ein einen Spalt zwischen Innen- und Außenzylinder (5, 4) durchströmendes Gemisch eines Dispersionsmittels mit einer dispergierten Lösung ausgeübt wird, allmählich fortlaufend oder stufenweise. (33 27 137)

FIG. 1



DE 33 27 137 A 1

x

1 Patentansprüche

5 1. Vorrichtung zur Herstellung von flüssigen Teilchen
einer dispergierten Lösung, gekennzeichnet durch einen
Innenzylinder (5) und einen Außenzylinder (4), die
relativ zueinander drehbar sind und zwischen sich einen
Spalt bzw. Zwischenraum festlegen, in welchem ein Ge-
10 misch aus einem Dispersionsmittel und einer (darin)
dispergierten Lösung in einer Quetschströmung (plug-flow)
führbar und dabei einer sich fortlaufend oder stufenweise
allmählich ändernden Scherbelastung bzw. -beanspruchung
unterwerfbar ist.

15 2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
daß die Scherbelastung oder -beanspruchung zunimmt.

20 3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekenn-
zeichnet, daß der Außenzylinder (4) vorrichtungsfest ist
bzw. stillsteht.

25 4. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekenn-
zeichnet, daß die Spaltweite zwischen Innen- und Außen-
zylinder (5, 4) im Bereich von 0,1 - 10 mm liegt.

5. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet,
daß die Spaltweite zwischen Innen- und Außenzylinder (5, 4)
im Bereich von 0,1 - 10 mm liegt.

30

7 - 2 -

- 1 Die Erfindung betrifft eine verbesserte Vorrichtung zur Herstellung von flüssigen Teilchen einer dispergierten Lösung in einem Dispersionsmittel.
- 5 Bei bisherigen Vorrichtungen dieser Art werden flüssige Teilchen einer dispergierten Lösung durch Zugabe eines Dispersionsmittels zu der zu dispergierenden Lösung in einem zweckmäßigen Verhältnis in einem Lösungsbe-
- 10 hälter vermischt und das Gemisch mittels einer Dispergiereinrichtung, etwa eines statischen Mischers, eines Homogenisierapparat oder einer Kolloidmühle, bewegt bzw. gerührt. Wenn bei solchen Vorrichtungen von Anfang an eine starke Dispergierwirkung in kurzer Zeit auf das Gemisch ausgeübt wird, so hat dies einen ungünstigen
- 15 (extreme) Einfluß auf die noch nicht vollständig zu Teilchen umgeformte dispergierte Lösung, so daß deren flüssige Teilchen eine weite Teilchengrößenverteilung mit zahlreichen sehr kleinen Teilchen erhalten. Aus diesem Grund erweist es sich als notwendig, die Kraft
- 20 der Dispergierwirkung zunächst schwach zu wählen und dann allmählich zu vergrößern, um (damit) die Entstehung sehr kleiner Teilchen zu verhindern und eine enge Teilchengrößenverteilung zu erreichen. Zur Gewährleistung dieser Ergebnisse muß der Dispergiervorgang
- 25 chargenweise durchgeführt werden; dabei ist es jedoch nötig, die Dispergierwirkung in den einzelnen Stufen fortzusetzen, bis der Dispersionszustand ausreichend gesättigt ist. Anderenfalls würden sich kleine Teilchen auf dieselbe Weise wie dann bilden, wenn eine
- 30 starke Dispergierwirkung von Anfang an ausgeübt wird, was zu einer weiteren Teilchengrößenverteilung führt. Die Erzielung einer gleichmäßigen Dispersion und einer engen Teilchengrößenverteilung nimmt also viel Zeit in Anspruch; außerdem ergibt sich dabei das Problem,
- 35 daß die Gewinnung der erforderlichen Menge dieser

2.3.

1 flüssigen Teilchen in einem chargenweise arbeitenden System schwierig ist.

5 Aufgabe der Erfindung ist damit die Schaffung einer verbesserten Vorrichtung zur Herstellung von flüssigen Teilchen einer dispergierten Lösung unter Vermeidung der vorstehend geschilderten Probleme und unter Gewährleistung einer sehr engen Teilchengrößenverteilung.

10 Diese Aufgabe wird durch die in den beigefügten Patentansprüchen gekennzeichneten Merkmale gelöst.

15 Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, daß ein Innenzylinder und ein Außenzylinder vorgesehen sind, die mit unterschiedlichen Drehzahlen bzw. relativ zueinander drehbar sind, wobei eine auf ein Gemisch aus einem Dispersionsmittel und einer dispergierten Lösung, das unter Aufrechterhaltung einer Quetschströmung (plug-flow) durch einen Spalt zwischen 20 Innen- und Außenzylinder strömt, ausgeübte Scherbelastung oder -beanspruchung fortlaufend oder stufenweise allmählich variiert wird, so daß eine gleichmäßige Dispersion der flüssigen Teilchen mit engerer Teilchengrößenverteilung erzielt wird. Als Folge dieser 25 Eigenschaften können mit dieser Vorrichtung kontinuierlich flüssige Teilchen gleichmäßiger Teilchengröße aus der dispergierten Lösung gewonnen werden.

30 Im folgenden sind bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung anhand der Zeichnung näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 eine schematische Schnittansicht einer Vorrichtung gemäß einer Ausführungsform der Erfindung,

35 Fig. 2 bis 5 Teilschnittansichten anderer Ausführungsformen von Innen- und Außenzylinder der Vorrichtung und

8 - 4 -

- 1 Fig. 6 eine graphische Darstellung der Beziehung
zwischen Gewicht und Teilchengröße.

5 Gemäß Fig. 1 werden ein Dispersionsmittel und eine zu dispergierende Lösung in zweckmäßigem Mischverhältnis in einem Mischbehälter 1 gemischt. Die so gemischte Lösung wird mittels einer Dispergiereinrichtung 2 so dispergiert, daß sich Teilchen einer zweckmäßigen Größe bilden. Bevorzugt besitzt das auf diese Weise hergestellte Dispersionsgemisch einen homogen gemischten Zustand. Das Gemisch wird sodann mittels einer Pumpe 3 in den Spalt zwischen einem Außenzylinder 4 und einem Innenzylinder 5 über einen Einlaß 4a in einem unteren Abschnitt kleinen Durchmessers der Vorrichtung eingeführt. Im Außenzylinder 4 wird der trommelförmige Innenzylinder 5 mittels einer Welle 5a in Drehung gesetzt. Die Mischlösung tritt in einen Spalt an der Mantelfläche des Innenzylinders 5 über einen Spalt zwischen seiner Unterseite und dem Außenzylinder 4 ein, um dann in einen Spalt (Zwischenraum) an der Oberseite des Innenzylinders 5 einzutreten und über einen Auslaß 4b in einem oberen Abschnitt kleinen Durchmessers der Vorrichtung aus dieser auszutreten, worauf das Gemisch über ein Ventil 6 zu einem nicht dargestellten Sammelbehälter überführt wird. Während dieses Vorgangs wirkt auf die Mischlösung, die den Spalt unter der Unterseite des Innenzylinders 5 passiert, eine sich allmählich vergrößernde Scherbelastung bzw. -beanspruchung aufgrund der Umfangsgeschwindigkeit des Innenzylinders 5 ein. Infolgedessen wird das Gemisch anfänglich keiner übermäßigen Scherbeanspruchung unterworfen, so daß aus der dispergierten Lösung unter Vermeidung der Entstehung sehr kleiner Teilchen allmählich Teilchen gebildet werden. Wenn die Lösung den Spalt an der Mantelfläche des Innenzylinders 5 erreicht, wird sie



27.07.53

3327137

4 - 5 -

- 1 einer stabilen bzw. gleichbleibenden Scherbeanspruchung
unterworfen, weil die Umfangsgeschwindigkeit des Innen-
zylinders 5 in diesem Bereich konstant ist. Die Lösung
wird dabei gleichmäßig, wobei die Teilchen be-
züglich ihrer Größe an die vorher gebildeten kleinen
5 Teilchen angepaßt werden. Das den Spalt an der Mantel-
fläche des Innenzylinders 5 passierende Gemisch wird
somit zu einer Flüssigkeit umgewandelt, die gleich-
mäßig große Teilchen der dispergierten Lösung enthält.
10 Der Dispersionszustand des Gemisches ändert sich nach
dem Durchgang durch den Spalt an der Mantelfläche des
Innenzylinders 5 nicht, weil anschließend die durch
die Drehung des Innenzylinders 5 ausgeübte Scherbe-
anspruchung abnimmt. Die flüssigen Teilchen der disper-
15 gierten Lösung in dem über das Ventil 6 ausgetragenen
Gemisch besitzen infolgedessen eine enge Teilchen-
größenverteilung. Außerdem kann mittels des Ventils 6
die Verweilzeit des Gemisches in der Vorrichtung
zwecks Einstellung der Teilchengrößenverteilung der
20 dispergierten flüssigen Teilchen gesteuert werden.
- Bei der Ausführungsform gemäß Figur 2 ist der Innen-
zylinder 5 kreiselförmig ausgebildet, so daß im Spalt
zwischen seiner Kegelfläche und dem (konischen) Außen-
25 zylinder 4 eine sich allmählich erhöhende Scherbean-
spruchung auf das Gemisch ausgeübt wird. Mit dieser
Ausführungsform können ebenfalls dispergierte flüssige
Teilchen enger Teilchengrößenverteilung gewonnen werden.
- Bei der Ausführungsform gemäß Figur 3 ist der Innen-
30 zylinder ähnlich einer abgestuften Riemenscheibe ausge-
bildet. Während die auf das Lösungsgemisch einwirkende
Scherbeanspruchung im Zwischenraum an der Mantelfläche
jeder Stufe konstant ist, wirkt in den radialen
35 Zwischenräumen (in Richtung auf den Außenumfang) jeder
Stufe eine allmählich ansteigende Scherbeanspruchung

1 auf das Lösungsgemisch ein.

Bei der Ausführungsform gemäß Figur 4 besitzt der
Außenzylinder 4 einen konstanten Innendurchmesser,
5 während der Innenzylinder 5 in Form einer konischen
Trommel ausgebildet ist. Dabei verändert sich der Spalt
bzw. Zwischenraum zwischen Außen- und Innenzylinder,
und das Lösungsgemisch strömt aus einem Bereich eines
weiteren Spalts in einen engeren Spalt ein. Im Verlauf
10 der Strömung des Lösungsgemischs vergrößert sich die
Umfangsgeschwindigkeit des Innenzylinders 5 und ver-
kleinert sich die Weite des vom Gemisch durchströmten
Spalts, so daß sich die Strömungsgeschwindigkeit des
Gemisches erhöht und damit die auf dieses ausgeübte
15 Scherbeanspruchung allmählich ansteigt.

Im Gegensatz zu Figur 4 veranschaulicht Figur 5 eine
Ausführungsform, bei welcher sich der Innendurchmesser
des Außenzylinders 4 konisch bzw. kegelförmig ändert,
20 während der Innenzylinder 5 die Form einer Trommel
gleichmäßigen Durchmessers besitzt. Während bei dieser
Ausführungsform die Umfangsgeschwindigkeit des Innen-
zylinders 5 konstant ist, verengt sich der Spalt im
Strömungsverlauf des Lösungsgemisches. Infolgedessen
25 erhöht sich die Strömungsgeschwindigkeit bei allmählicher
Zunahme der auf die Lösung ausgeübten Scherbeanspruchung.

Bei den vorstehend beschriebenen Ausführungsformen
wird somit ein Lösungsgemisch in der erfindungsgemäßen
30 Vorrichtung einer sich allmählich oder fortlaufend
ändernden Scherbeanspruchung unterworfen, so daß
dispergierte flüssige Teilchen einer engen Teilchen-
größenverteilung kontinuierlich hergestellt werden
können. Bei den beschriebenen Ausführungsformen liegen
35 die Spaltbreiten zwischen Innen- und Außenzylinder
vorzugsweise in der Größenordnung von 0,1 bis 10mm.

- 1 Die erfindungsgemäße Vorrichtung eignet sich insbesondere
für die Herstellung von Tonerteilchen für elektrophoto-
graphische Zwecke sowie Mattiermittelteilchen für photo-
graphische Filme und dergleichen. Ein aus gleichmäßig
5 großen Teilchen bestehender Toner bzw. ein Mattiermittel
kann aus einer Lösung von Bestandteilen des Toners oder
Mattiermittels, wie Kohlenstoff usw., und eines Polymeri-
sation-Ansprimmittels in einem monomeren Kunstharz
sowie einem durch Eintragen eines Dispersionsstabilisators
10 in Wasser hergestellten Dispersionsmittels und durch
Polymerisieren und Aushärten der flüssigen Teilchen der
dispergierten Lösung durch Erwärmen eines Lösungsge-
misches in einem Auffang- oder Sammelbehälter oder Er-
wärmen des durch das Ventil 6 strömenden Lösungsgemisches
15 gewonnen werden.

Im folgenden ist die Erfindung anhand eines Beispiels
und eines Vergleichsbeispiels näher erläutert.

20 Beispiel

- Die Erzeugung dispergierter flüssiger Teilchen erfolgt
mittels einer Lösung, die durch Zugabe einer zweckmäßigen
Menge von Benzoylperoxid als Polymerisationskatalysator
zu einem Styrolmonomeren zubereitet worden ist, und eines
25 Dispersionsmittels, das durch Zugabe einer zweckmäßigen
Menge eines Polyvinylalkohols und/oder von Natrium-
dodecylbenzolsulfonat als Dispersionsstabilisator zu
destilliertem Wasser zubereitet worden ist. Das Ver-
hältnis von Lösung zu Dispersionsmittel beträgt 3:7.
30 Die Lösung wird im Mischbehälter der Vorrichtung gemäß
Figur 1 in Form von Teilchen einer Größe von etwa 200 µm
im Dispersionsmittel vordispergiert. Das vordispergierte
Lösungsgemisch wird mit einer Strömungs- oder Durchsatz-
menge von 1 l/min der Vorrichtung zugeführt, deren Innen-
35 zylinder mit 2500/min umläuft. Die über das Ventil (6)
austretenden dispergierten flüssigen Teilchen besitzen
eine sehr gleichmäßige Teilchengröße

x - 8 -

- 1 von etwa 20 μm . Aus diesem Lösungsgemisch kann ein
Pulver einer sehr engen Teilchengrößenverteilung ge-
wonnen werden.

5 Vergleichsbeispiel

- Eine Lösung aus einer zweckmäßigen Menge Benzoylperoxid
als Polymerisationskatalysator in 300 ml Styrolmonomeres
und ein Dispersionsmittel aus einer zweckmäßigen Menge
Polyvinylalkohol und/oder Natriumdodecylbenzolsulfonat
10 als Dispersionsstabilisator in 700 ml destillierten
Wassers werden in einen Flüssigkeitsbehälter eingebracht
und mittels eines handelsüblichen Homogenisier-Strahlmisch-
apparats (HOMO-JETTER) miteinander vermischt, wobei die
Turbinendrehzahl des Mischapparats von anfänglich
15 1000/min in Schritten von 1000/min stufenweise bis zu
einer Enddrehzahl von 4000/min erhöht wird. Jede
Drehzahlstufe wird 20 Minuten lang eingehalten.

- Die auf diese Weise hergestellten dispergierten flüssigen
20 Teilchen besitzen eine mittlere Teilchengröße von 20 μm .

- Die Teilchengrößenverteilungen der nach dem erfindungs-
gemäßen Beispiel und dem Vergleichsbeispiel erhaltenen
Teilchen sind in Figur 6 dargestellt. Wie aus Figur 6
25 hervorgeht, besitzen die mittels der erfindungsgemäßen
Vorrichtung hergestellten dispergierten flüssigen Teilchen
eine engere Teilchengrößenverteilung als beim Vergleichs-
beispiel, bei dem die Scherbelastung bzw. -beanspruchung
stufenweise geändert wurde.

30

-9-
Leerseite

27078

-11-

Nummer:
int. Cl. 3:
Anmeldetag:
Offenlegungstag:

33 27 137
B 01 F 3/08
27. Juli 1983
9. Februar 1984

FIG. 1

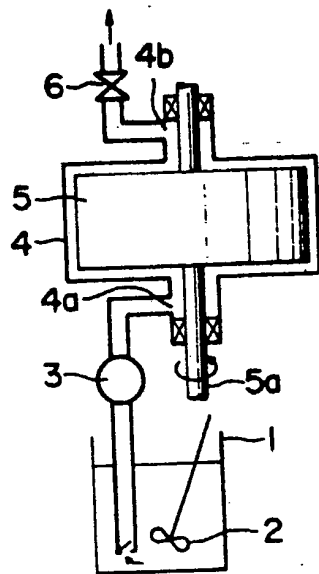


FIG. 2

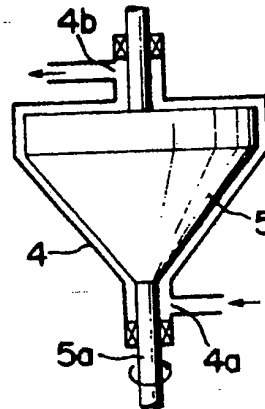


FIG. 3

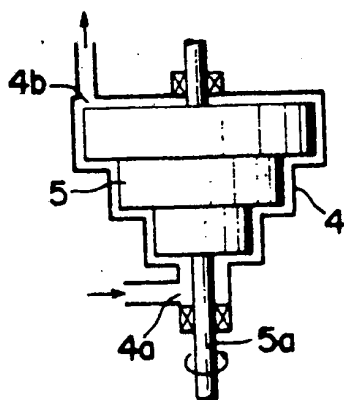


FIG. 4

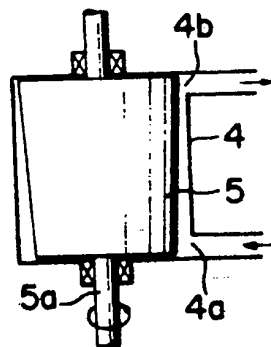


FIG. 5

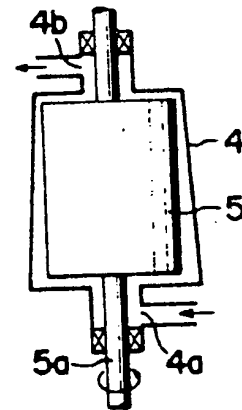
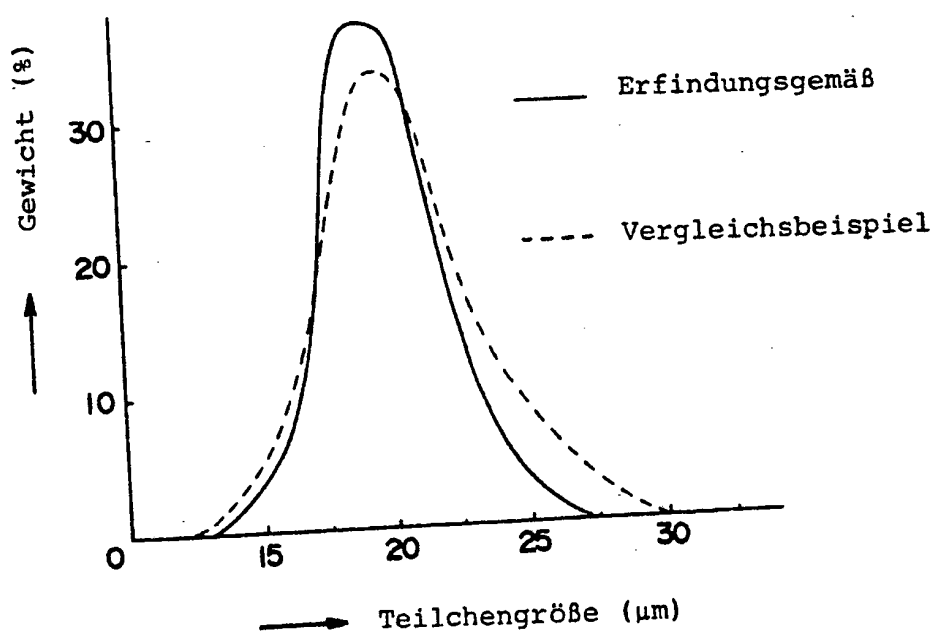


FIG. 6



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.